

DIALOG(R)File 351:Derwent WPI  
(c) 2004 Thomson Derwent. All rts. reserv.

009469045

WPI Acc No: 1993-162584/ 199320

XRAM Acc No: C93-072067

XRPX Acc No: N93-124669

Electrophotographic developer, having stable charging performance -  
contains silica powder treated with amino-substd. silane(s) and  
organopolysiloxane(s)

Patent Assignee: MITSUBISHI MATERIALS CORP (MITV )

Number of Countries: 001 Number of Patents: 001

Patent Family:

Patent No	Kind	Date	Applicat No	Kind	Date	Week
JP 5094037	A	19930416	JP 91334117	A	19911124	199320 B

Priority Applications (No Type Date): JP 91222472 A 19910808

Patent Details:

Patent No	Kind	Lan Pg	Main IPC	Filing Notes
JP 5094037	A	6	G03G-009/08	

Abstract (Basic): JP 5094037 A

Developer contains, in a toner, a silica powder treated with an amino-substd. silane(s) of formula R1SiR23-nR3n (I) and an organopolysiloxane(s) and having friction charge of 100 to -100 micr-C/g and a hydrophobicity, measured by the permeability method of at least 60%. (R1 = 1-10C amio-substd. alkyl; R2 = 1-5C alkyl; R3 = Cl, Br or 1-5C alkoxy; n = 1-3).

The silica to be treated pref. has a specific surface area of at least 50 m<sup>2</sup>/g. The organopolysiloxane pref. has repeat units of formula -(SiR4R5O)- (R4 and R5 (independent) = alkyl, phenyl, phenyl-substd. alkyl, alkoxy or hydrogen (not both hydrogen).

USE/ADVANTAGE - The developer has improved charging stability of the toner to environment, giving reduced fogging and deterioration of image quality. Developer allows increase of silica particles added, giving good fluidity.

Dwg. 0/0

Title Terms: ELECTROPHOTOGRAPHIC; DEVELOP; STABILISED; CHARGE; PERFORMANCE;  
CONTAIN; SILICA; POWDER; TREAT; AMINO; SUBSTITUTE; SILANE; ORGANO;  
POLYSILOXANE

Derwent Class: E11; E36; G08; P84; S06

International Patent Class (Main): G03G-009/08

File Segment: CPI; EPI; EngPI

Manual Codes (CPI/A-N): E05-E01; E05-E02; E31-P03; G06-G05

Manual Codes (EPI/S-X): S06-A04C1

Chemical Fragment Codes (M3):

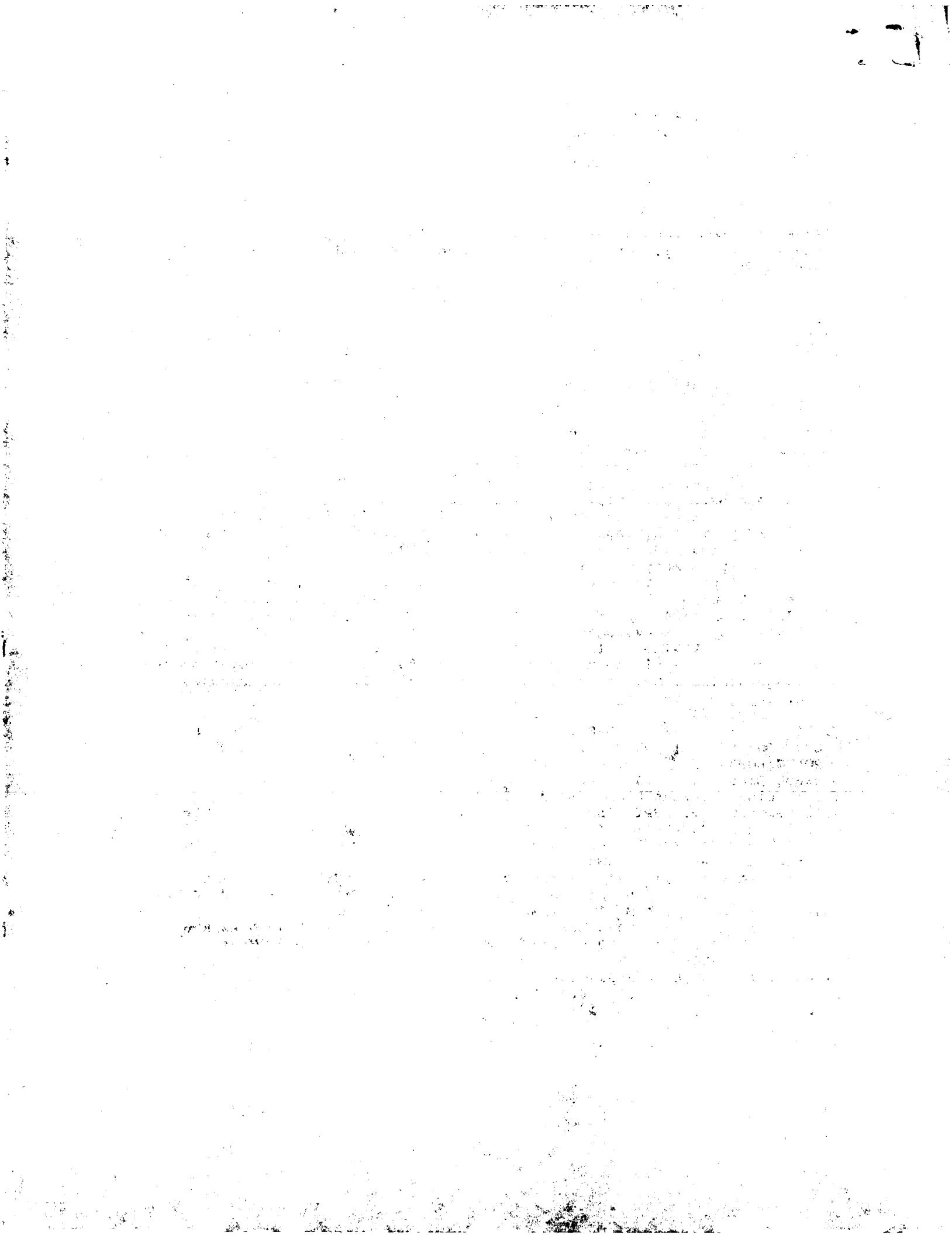
\*01\* B414 B514 B711 B712 B713 B720 B741 B742 B743 B751 B752 B831 C017  
C035 G010 G100 H1 H100 H102 H141 H181 H182 L640 M210 M211 M212 M213  
M214 M215 M216 M231 M232 M233 M250 M272 M280 M281 M282 M283 M311  
M312 M313 M314 M315 M316 M321 M322 M331 M332 M333 M340 M342 M361  
M383 M391 M411 M510 M520 M530 M531 M540 M620 M782 M903 M904 Q348  
R036 9320-C8601-M

\*02\* B114 B702 B720 B831 C108 C800 C802 C803 C804 C805 C807 M411 M782  
M903 M904 M910 Q348 R036 R01694-M

Derwent Registry Numbers: 1694-U

Specific Compound Numbers: R01694-M

Generic Compound Numbers: 9320-C8601-M



(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平5-94037

(43) 公開日 平成5年(1993)4月16日

(51) Int.Cl.<sup>5</sup>  
G 0 3 G 9/08

識別記号  
G 0 3 G 9/08

7144-2H  
7144-2H

F I

G 0 3 G 9/08  
3 7 5  
3 7 1

技術表示箇所

審査請求 未請求 請求項の数3(全6頁)

(21) 出願番号 特願平3-334117

(22) 出願日 平成3年(1991)11月24日

(31) 優先権主張番号 特願平3-222472

(32) 優先日 平3(1991)8月8日

(33) 優先権主張国 日本 (JP)

(71) 出願人 000006264

三菱マテリアル株式会社  
東京都千代田区大手町1丁目5番1号

(72) 発明者 中村 章宏

埼玉県大宮市北袋町1丁目297番地 三菱  
マテリアル株式会社中央研究所内

(74) 代理人 弁理士 松井 政広 (外1名)

(54) 【発明の名称】 電子写真用現像剤

(57) 【要約】

【目的】 安定した帯電性を有し流動性に優れた電子写真用現像剤を提供する。

【構成】 一般式(1)で示されるアミノ置換シラン化合物とオルガノポリシロキサンによって処理され、鉄に対する摩擦帯電量が100μC/gから-100μC/gの範囲にあり、かつ透過率法によって測定された疎水化率が60%以上の値を示す疎水性シリカ粉末をトナーに添加したことを特徴とする。

一般式(1) R<sup>1</sup> S i R<sup>2</sup>... R<sup>3</sup>。

〔但し式中それぞれ、R<sup>1</sup>は炭素数1から10のアミノ置換アルキル基; R<sup>2</sup>は炭素数1から5のアルキル基; R<sup>3</sup>はCl、Brまたは炭素数1から5のアルコキシ基; iは1から3の整数を表す。〕

I

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 一般式(1)で示されるアミノ置換シラン化合物とオルガノポリシロキサンによって処理され、鉄に対する摩擦帶電量が $100\mu C/g$ から $-100\mu C/g$ の範囲にあり、かつ透過率法によって測定された疎水化率が60%以上の値を示すシリカ粉体をトナーに添加したことを特徴とする電子写真用現像剤。

一般式(1)  $R^1SiR^{2-5-n}R^3$ 。

[但し式中それぞれ、 $R^1$ は炭素数1から10のアミノ置換アルキル基； $R^2$ は炭素数1から5のアルキル基； $R^3$ はC1、Brまたは炭素数1から5のアルコキシ基；nは1から3の整数を表す。]

【請求項2】 被処理シリカの比表面積が少なくとも $50m^2/g$ 以上であることを特徴とする請求項1の電子写真用現像剤。

【請求項3】 オルガノポリシロキサンが $-(SiR^4R^5O)-$  [式中、 $R^4$ 、 $R^5$ は、アルキル基、フェニル基、フェニル置換アルキル基、アルコキシ基およびハイドロジエン基より選ばれる同一または異なる置換基を表す（但し、 $R^4$ 、 $R^5$ は同時にハイドロジエン基であってはならない）]で表される繰返し単位を有することを特徴とする請求項1または2の電子写真用現像剤。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は電子写真、電子記録において使用される現像剤に関する。

## 【0002】

【従来の技術とその問題点】 電子写真用現像剤のトナーに、その流動性を高め、凝集を防止する目的で添加剤（流動性改善剤）を用いることが広く行われている。従来、流動性改善剤としては表面を疎水化した金属酸化物微粉末、特にシリカ粉体が一般的に用いられてきた。しかし、キャリアとして一般的に用いられている鉄（酸化鉄）との摩擦帶電量の点から考えると、これらの添加剤はそれ自体が高い帶電性を持っている。従って、トナー自体の帶電性への影響が頭著になり、帶電量の温度や温度に対する依存性が上昇したり、経時的な安定性が低下するなどの現象が起きる。従ってこれらの添加剤の使用量は、一般的に1重量部以下とされ、得られる流動性の改善効果は必ずしも充分なものではない。

## 【0003】

【発明の目的】 本発明の目的は、前記従来技術の問題点を考慮し、トナー自体の帶電性への影響が小さく、充分な流動性改善効果を持つ添加剤を用いることによって、安定した帶電性を持ち、流動性に優れた電子写真現像剤を提供することにある。本発明者等は上記の目的を達成すべく鋭意研究を行った結果、アミノ置換シラン化合物とオルガノポリシロキサンの適当量を組み合わせて表面処理し、鉄に対する摩擦帶電量の絶対値が従来の疎水性シリカと比較して小さく、かつ高い疎水化率を併せ持つ

シリカが上記の目的に適することを見いたしました。即ちこの表面処理シリカをトナーに添加した場合、そのトナー自体の帶電量の変化が極めて小さいため、比較的多量に用いてもトナーの特性を損なうことがなく充分な流動性が得られるとともに、温度や温度の影響を受けにくくなり、さらにカブリや画像の低下をおこしにくくなることを確認し、本発明の目的を達成した。

## 【0004】

【発明の構成】 本発明によればアミノ置換シラン化合物とオルガノポリシロキサンによって処理され、鉄に対する摩擦帶電量が $100\mu C/g$ から $-100\mu C/g$ 、好ましくは $50\mu C/g$ から $-50\mu C/g$ の範囲にあり、かつ透過率法によって測定された疎水化率が60%以上、好ましくは70%以上の値を示すシリカ粉体をトナーに添加したことを特徴とする電子写真用現像剤が提供される。

【0005】 本発明に用いられるアミノ置換シラン化合物とは、

一般式(1)  $R^1SiR^{2-5-n}R^3$ 。

[但し式中それぞれ、 $R^1$ は炭素数1から10のアミノ置換アルキル基； $R^2$ は炭素数1から5のアルキル基； $R^3$ はC1、Brまたは炭素数1から5のアルコキシ基；nは1から3の整数を表す。] で示される化合物であり、以下のようないわゆる化合物が例示される。

$H_2N(CH_2)_3Si(OEt)_3$

$H_2N(CH_2)_2NH(CH_2)_3Si(OMe)_3$

$H_2N(CH_2)_2NH(CH_2)_3SiMe(OMe)_2$

$C_6H_5HN(CH_2)_3Si(OMe)_3$

$H_2N(CH_2)_2NH(CH_2)_3SiCl_3$

本発明に用いられるオルガノポリシロキサンはシリカ粉体表面に均一に付着する程度の流動性を持つこと以外は特に限定されないが、処理操作の面から10csから1000cs程度の粘度のものを用いることが好ましい。また、疎水性および入手可能性の観点からは、 $-(SiR^4R^5O)-$  [式中、 $R^4$ 、 $R^5$ は、アルキル基、フェニル基、フェニル置換アルキル基、アルコキシ基およびハイドロジエン基より選ばれる同一または異なる置換基を表す（但し、 $R^4$ 、 $R^5$ は同時にハイドロジエン基であってはならない）]で表される繰返し単位を有するオルガノポリシロキサンが好適である。本発明に用いられるシリカ粉体は、その帶電特性の要求される用途に適した粒径であればよく、特に比表面積が $50m^2/g$ 以上のものが好ましい。

【0006】 鉄に対する摩擦帶電量の測定方法は、文献例えば「色材」(55[9]630-636, 1982)などによって規定されている。その値はトナーの帶電特性への影響を抑えるために $100\mu C/g$ から $-100\mu C/g$ 、好ましくは $50\mu C/g$ から $-50\mu C/g$ の範囲にあることが実用上望ましい。

【0007】 透過率法は処理されたシリカ粉体の疎水化率を実験的に求める方法で、以下の手順によって測定される。処理されたシリカ粉体1.0gと水100mlを抽出用フ

ラスコに入れ、5分間激しく振盪攪拌する。その後1分間静置し、フラスコの底から少量の懸濁液を抜き出す。この液の550nmの光に対する透過率を、純水の透過率を100%として表した値をそのシリカの疎水化率とする。このようにして測定された疎水化率の値が高いほど、そのシリカ粉体の吸湿性が減少して湿度に対するトナーの帶電量の変化を小さく、かつ凝集を防ぐ効果が高まり、利用価値が高いが、実用上は60%以上好ましくは70%以上の値を持つことが望ましい。

【0008】本発明に用いられるシリカ粉体の処理方法は、従来公知の方法が適応される。被処理シリカ粉体を機械的に十分攪拌をしながら、これにアミノ置換シラン化合物、続いてあるいは同時にオルガノポリシロキサンを滴下あるいは噴霧して加える。このときアミノ置換シラン化合物の反応性を高める触媒としてジエチルアミンなどを加える、あるいはアンモニアガスを吹き込むことが好ましい。また用いるアミノ置換シラン化合物及びオルガノポリシロキサンの粘度に応じてアルコール、ケトンあるいは炭化水素等の溶剤を希釈剤として用いることも可能である。処理剤添加後、窒素雰囲気下で100°Cから250°Cの範囲の温度で加熱して反応を完結させると共に、溶剤を除去する。

【0009】本発明に用いられる疎水性シリカ、すなわち鉄に対する摩擦帶電量が100μC/gから-100μC/gの範囲にあり、かつ透過率法によって測定された疎水化率が60%以上の値を示すことを特徴とするシリカ粉体を得るために用いられるアミノ置換シラン化合物及びオルガノポリシロキサンの使用量は被処理シリカの比表面積や処理剤の種類に依存する。具体的には、例えば比表面積13.0m<sup>2</sup>/gのシリカ粉体の場合、被処理シリカの重量に対してアミノ置換シラン化合物の使用量が1.0重量%から4.0重量%程度でありかつオルガノポリシロキサンの使用量が3.0重量%から8.0重量%程度であればよい。以上のようなアミノ置換シラン化合物とジメチルポリシロキサンによって処理されたシリカ粒子を、通常の方法によってトナーに添加して、本発明の現像剤が調製される。

#### 【0010】

【発明の効果】本発明に係る現像剤は、以上のようにアミノ置換シラン化合物とオルガノポリシロキサンによって処理され、鉄に対する摩擦帶電量が100μC/gから-100μC/gの範囲にあり、かつ透過率法によって測定された疎水化率が60%以上の値を示すシリカ粒子をトナーに添加したことを特徴とする現像剤である。本現像剤は、上記シリカ粒子の摩擦帶電性が小さいために、トナーの帶電量の環境に対する安定性及び経時安定性が大きく改善され、結果としてカブリの発生や画質の低下が抑制される効果が得られる。またシリカ粒子の添加量を従来の添加剤と比較して増加させることができあり、結果として優れた流動性が得られる。以下実施例を示して本発明を具体的に説明する。

#### 【0011】

【実施例1】加熱乾燥させたシリカ(比表面積130m<sup>2</sup>/g)20gをステンレス製の容器に仕込み、窒素雰囲気下攪拌しながら下記の組成の処理剤を室温で上記シリカに噴霧した。

##### 処理剤

アミノ置換シラン化合物 H <sub>2</sub> N(CH <sub>2</sub> ) <sub>3</sub> Si(OEt) <sub>3</sub>	0.36g
ジメチルシリコン 信越化学社製KF-96(50cs)	1.00g
ジエチルアミン	数滴
n-ブタノール	5.0ml

噴霧終了後、さらに室温で30分攪拌した後、窒素気流下で外部加熱を行い、40分かけて150°Cまで昇温させ、この温度で30分保持した後、室温まで放冷した。得られた粉体(粉体-1)の透過率法による疎水化率及び鉄に対する摩擦帶電量は、それぞれ83%と-27μC/gであった。次に、スチレンーアクリル樹脂中にカーボン18%を分散、粉碎後、10μ～20μに分級して得られた樹脂粉(樹脂粉-1)100g中に上記シリカ粒子1gを混合することによってトナーを調製した。さらにこのトナー30gを酸化鉄粉1000gに加え、現像剤とした。この現像剤の摩擦帶電量は-15μC/gであった。本現像剤を市販の複写機に入れ、寿命テストを行ったところ、約20,000枚以上のコピーにおいても画像にカブリは生じなかった。さらに高温多湿(28°C, 85%RH)の環境下においても良好な画像を示した。なお、シリカ粒子を添加しないで調製した現像剤の摩擦帶電量も同じく-15μC/gであった。

#### 【0012】

【実施例2】実施例1で得たシリカ粉体(粉体-1)の添加量を1gから2gに変えた以外は実施例1と同様にして現像剤を調製した。この現像剤の帶電量は-16μC/gであった。本現像剤を市販の複写機に入れ、寿命テストを行ったところ、約28,000枚以上のコピーにおいても画像にカブリは生じなかった。さらに高温多湿(28°C, 85%RH)の環境下においても良好な性能を示した。

#### 【0013】

【実施例3】スチレンーアクリル樹脂中にカーボン18%、ニグロシン5%を分散、粉碎後、10μ～20μに分級して得られた(樹脂粉-2)を実施例1の(樹脂粉-1)の代りに用いた以外は実施例1と同様にして現像剤を調製した。この現像剤の帶電量は+18μC/gであった。本現像剤を市販の複写機に入れ、寿命テストを行ったところ、約25,000枚以上のコピーにおいても画像にカブリは生じなかった。さらに高温多湿(28°C, 85%RH)の環境下においても良好な性能を示した。

#### 【0014】

【実施例4】加熱乾燥させたシリカ(比表面積130m<sup>2</sup>/g)20gをステンレス製の容器に仕込み、窒素雰囲気下攪拌しながら下記の組成の処理剤を室温で上記シリカに噴霧した。

5

6

## 処理剤

アミノ置換ジラン化合物 $\text{H}_2\text{N}(\text{CH}_2)_2\text{NH}(\text{CH}_2)_2\text{Si}(\text{OMe})_3$	0.30g
ジメチルシリコサン 信越化学社製KF-96(50cs)	1.50g
ジエチルアミン	数滴
アセトン	5.0ml

噴霧終了後、さらに室温で30分攪拌した後、窒素気流下で外部加熱を行い40分かけて150℃まで昇温させ、この温度で30分保持した後、室温まで放冷した。得られた粉体の透過率法による疎水化率及び鉄に対する摩擦帶電量はそれぞれ95%と+23μC/gであった。次に、実施例1の(樹脂粉-1)100g中に上記シリカ粒子0.5gを混合することによってトナーを調製した、さらにこのトナー30gを酸化鉄粉1000gに加え、現像剤とした。この現像剤の摩擦帶電量は-15μC/gであった。本現像剤を市販の複写機に入れ、寿命テストを行ったところ、約28,000枚以上のコピーにおいても画像にカブリは生じなかった。さらに高温多湿(28℃, 85%RH)の環境下においても良好な性能を示した。

## \*【0015】

【実施例5】実施例1の(樹脂粉-1)を実施例3の(樹脂粉-2)に代えた以外は、実施例4と同様にして現像剤を調製した。この現像剤の帶電量は+17μC/gであった。10 本現像剤を市販の複写機に入れ、寿命テストを行ったところ、約34,000枚以上のコピーにおいても画像にカブリは生じなかった。さらに高温多湿(28℃, 85%RH)の環境下においても良好な画像を示した。

## 【0016】

【実施例6】加熱乾燥させたシリカ(比表面積130m<sup>2</sup>/g)20gをステンレス製の容器に仕込み、窒素雰囲気下攪拌しながら下記の組成の処理剤を室温で上記シリカに噴霧した。

## 処理剤

アミノ置換ジラン化合物 $\text{H}_2\text{N}(\text{CH}_2)_2\text{NH}(\text{CH}_2)_2\text{Si}(\text{OMe})_3$	0.41g
メチルトリメチルシリコサン 信越化学社製KF-99(20cs)	1.00g
ジエチルアミン	数滴
ヒープロパン	5.0ml

噴霧終了後、さらに室温で30分攪拌した後、窒素気流下で外部加熱を行い40分かけて150℃まで昇温させ、この温度で30分保持した後、室温まで放冷した。得られた粉体の透過率法による疎水化率及び鉄に対する摩擦帶電量はそれぞれ91%と-8μC/gであった。次に、実施例1の(樹脂粉-1)100g中に上記シリカ粒子0.5gを混合することによってトナーを調製した、さらにこのトナー30gを酸化鉄粉1000gに加え、現像剤とした。この現像剤の摩擦帶電量は-15μC/gであった。本現像剤を市販の複写機に入れ、寿命テストを行ったところ、約24,000枚以上のコピーにおいても画像にカブリは生じなかった。さらに高温多湿(28℃, 85%RH)の環境下においても良好な性能を示した。

## ※【0017】

【実施例7】実施例1の(樹脂粉-1)を実施例3の(樹脂粉-2)に代えた以外は、実施例6と同様にして現像剤を調製した。この現像剤の帶電量は+18μC/gであった。本現像剤を市販の複写機に入れ、寿命テストを行ったところ、約23,000枚以上のコピーにおいても画像にカブリは生じなかった。さらに高温多湿(28℃, 85%RH)の環境下においても良好な画像を示した。

## 【0018】

【実施例8】加熱乾燥させたシリカ(比表面積130m<sup>2</sup>/g)20gをステンレス製の容器に仕込み、窒素雰囲気下攪拌しながら下記の組成の処理剤を室温で上記シリカに噴霧した。

## 処理剤

アミノ置換ジラン化合物 $\text{C}_6\text{H}_5\text{NH}(\text{CH}_2)_2\text{NH}(\text{CH}_2)_2\text{Si}(\text{OMe})_3$	0.30g
メチルトリメチルシリコサン 信越化学社製KF-851(80cs)	0.95g
ジエチルアミン	数滴
ヒープロパン	5.0ml

噴霧終了後、さらに室温で30分攪拌した後、窒素気流下で外部加熱を行い40分かけて150℃まで昇温させ、この温度で30分保持した後、室温まで放冷した。得られた粉体の透過率法による疎水化率及び鉄に対する摩擦帶電量はそれぞれ88%と+11μC/gであった。次に、実施例1の(樹脂粉-1)100g中に上記シリカ粒子0.5gを混合することによってトナーを調製した、さらにこのトナー30gを酸化鉄粉1000gに加え、現像剤とした。この現像剤の摩擦帶電量は-15μC/gであった。本現像剤を市販の複写

50

機に入れ、寿命テストを行ったところ、約21,000枚以上のコピーにおいても画像にカブリは生じなかった。さらに高温多湿(28℃, 85%RH)の環境下においても良好な性能を示した。

## 【0019】

【実施例9】実施例1の(樹脂粉-1)を実施例3の(樹脂粉-2)に代えた以外は、実施例8と同様にして現像剤を調製した。この現像剤の帶電量は+18μC/gであった。本現像剤を市販の複写機に入れ、寿命テストを行ったと

ころ、約20,000枚以上のコピーにおいても画像にカブリは生じなかった。さらに高温多湿(28°C, 85%RH)の環境下においても良好な画像を示した。

## 【0020】

\* 霧した。

## 処理剤

アミノ置換ジン化合物	$H_2N(CH_2)_2NH(CH_2)_2Si(OMe)_3$	0.40g
メルチリルボリシオサン	信越化学社製KF-410(1000cs)	1.20g
ジエチルアミン		数滴
n-ブロバノール		5.0ml

噴霧終了後、さらに室温で30分攪拌した後、窒素気流下で外部加熱を行い40分かけて150°Cまで昇温させ、この温度で30分保持した後、室温まで放冷した。得られた粉体の透過率法による疎水化率及び鉄に対する摩擦帶電量はそれぞれ87%と-24 μC/gであった。次に、実施例1の(樹脂粉-1)100g中に上記シリカ粒子0.5gを混合することによってトナーを調製した、さらにこのトナー30gを酸化鉄粉1000gに加え、現像剤とした。この現像剤の摩擦帶電量は-16 μC/gであった。本現像剤を市販の複写機に入れ、寿命テストを行ったところ、約25,000枚以上のコピーにおいても画像にカブリは生じなかった。さらに高温多湿(28°C, 85%RH)の環境下においても良好な性能を示した。

## 10※【0021】

【実施例11】実施例1の(樹脂粉-1)を実施例3の(樹脂粉-2)に代えた以外は、実施例10と同様にして現像剤を調製した。この現像剤の帯電量は+18 μC/gであった。本現像剤を市販の複写機に入れ、寿命テストを行ったところ、約26,000枚以上のコピーにおいても画像にカブリは生じなかった。さらに高温多湿(28°C, 85%RH)の環境下においても良好な画像を示した。

## 【0022】

【実施例12】加熱乾燥させたシリカ(比表面積130m²/g)20gをステンレス製の容器に仕込み、窒素雰囲気下攪拌しながら下記の組成の処理剤を室温で上記シリカに噴霧した。

※

## 処理剤

アミノ置換ジン化合物	$H_2N(CH_2)_2NH(CH_2)_2Si(OEt)_3$	0.38g
メルチリルボリシオサン	信越化学社製KF-99(20cs)	1.10g
ジエチルアミン		数滴
n-ブロバノール		5.0ml

噴霧終了後、さらに室温で30分攪拌した後、窒素気流下で外部加熱を行い40分かけて150°Cまで昇温させ、この温度で30分保持した後、室温まで放冷した。得られた粉体の透過率法による疎水化率及び鉄に対する摩擦帶電量はそれぞれ95%と+5 μC/gであった。次に、実施例1の(樹脂粉-1)100g中に上記シリカ粒子0.5gを混合することによってトナーを調製した、さらにこのトナー30gを酸化鉄粉1000gに加え、現像剤とした。この現像剤の摩擦帶電量は-16 μC/gであった。本現像剤を市販の複写機に入れ、寿命テストを行ったところ、約28,000枚以上のコピーにおいても画像にカブリは生じなかった。さらに高温多湿(28°C, 85%RH)の環境下においても良好な性能を示した。

★40

## ★【0023】

【実施例13】実施例1の(樹脂粉-1)を実施例3の(樹脂粉-2)に代えた以外は、実施例12と同様にして現像剤を調製した。この現像剤の帯電量は+18 μC/gであった。本現像剤を市販の複写機に入れ、寿命テストを行ったところ、約27,000枚以上のコピーにおいても画像にカブリは生じなかった。さらに高温多湿(28°C, 85%RH)の環境下においても良好な画像を示した。

## 【0024】

【比較例1】加熱乾燥させたシリカ(比表面積130m²/g)20gをステンレス製の容器に仕込み、窒素雰囲気下攪拌しながら下記の組成の処理剤を室温で上記シリカに噴霧した。

## 処理剤

アミノ置換ジン化合物	$H_2N(CH_2)_2Si(OEt)_3$	0.40g
ジエチルアミン		数滴
n-ブロバノール		5.0ml

噴霧終了後、さらに室温で30分攪拌した後、窒素気流下で外部加熱を行い40分かけて150°Cまで昇温させ、この温度で30分保持した後、室温まで放冷した。得られた粉体の透過率法による疎水化率及び鉄に対する摩擦帶電量はそれぞれ41%と+15 μC/gであった。次に、実施例1の(樹脂粉-1)100g中に上記シリカ粒子0.5gを混合するこ

50

とによってトナーを調製した、さらにこのトナー30gを酸化鉄粉1000gに加え、現像剤とした。この現像剤の摩擦帶電量は-14 μC/gであった。本現像剤を市販の複写機に入れ、寿命テストを行ったところ、約14,000枚以上のコピーにおいて画像にカブリを生じた。さらに高温多湿(28°C, 85%RH)の環境下においては明らかな画像の低下

を示した。

【0025】

【比較例2】実施例1の(樹脂粉-1)を実施例3の(樹脂粉-2)に代えた以外は、比較例1と同様にして現像剤を調製した。この現像剤の帯電量は $+18 \mu C/g$ であった。本現像剤を市販の複写機に入れ、寿命テストを行ったところ、約15,000枚以上のコピーにおいて画像にカブリを\*

処理剤

メルヒト <sup>®</sup> リシオサン	信越化学社製KF-99(20cs)	1.10g
ニアロバーナル		5.0ml

噴霧終了後、さらに室温で30分攪拌した後、窒素気流下で外部加熱を行い40分かけて150°Cまで昇温させ、この温度で30分保持した後、室温まで放冷した。得られた粉体の透過率法による疎水化率及び鉄に対する摩擦帶電量はそれぞれ92%と $-158 \mu C/g$ であった。次に、実施例1の(樹脂粉-1)100g中に上記シリカ粒子0.5gを混合することによってトナーを調製した、さらにこのトナー30gを酸化鉄粉1000gに加え、現像剤とした。この現像剤の摩擦帶電量は $-16 \mu C/g$ であった。本現像剤を市販の複写機に入れ、寿命テストを行ったところ、約14,000枚以上のコピーにおいて画像にカブリを生じた。さらに高温多

\*生じた。さらに高温多湿(28°C, 85%RH)の環境下においては明らかな画像の低下を示した。

【0026】

【比較例3】加熱乾燥させたシリカ(比表面積130m<sup>2</sup>/g)20gをステンレス製の容器に仕込み、窒素雰囲気下攪拌しながら下記の組成の処理剤を室温で上記シリカに噴霧した。

温(28°C, 85%RH)の環境下においては明らかな画像の低下を示した。

【0027】

【比較例4】実施例1の(樹脂粉-1)を実施例3の(樹脂粉-2)に代えた以外は、比較例3と同様にして現像剤を調製した。この現像剤の帯電量は $+16 \mu C/g$ であった。本現像剤を市販の複写機に入れ、寿命テストを行ったところ、約10,000枚以上のコピーにおいて画像にカブリを生じた。さらに高温多湿(28°C, 85%RH)の環境下においては明らかな画像の低下を示した。